

JP361077846A

Apr. 21, 1986
PHOTOCHROMIC MATERIAL

L26: 9 of 19

INVENTOR: SAKAI, WATARU
SUGIYAMA, YOSHIO
IMAMURA, NAOYA
FUNAKI, MASAOKI
APPLICANT: NIPPON SHEET GLASS CO LTD
APPL NO: JP 59200964
DATE FILED: Sep. 26, 1984
INT-CL: G03C1/733; C09K9/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To provide a photochromic material good in durability by incorporating a **clathrate** compd. composed of the guest molecule of a photochromic substance and a host molecule.

CONSTITUTION: A preferable host molecule is **cyclodextrine** and the photochromic substance is spiropyran, dithizone mercury complex, **triphenylmethane** type dye, fulgide, etc. are used. The **clathrate** compd. is prepared by adding the photochromic substance to an aq. soln. of **cyclodextrine** at least in an amt. of $\geq 10\text{mol}\%$, mixing them at room temp., grinding down at once and well stirring them, then, filtering and washing them, and drying them in reduced pressure. The photochromic material is formed into a soln. by using a solvent, such as xylene or toluene, and its solid soln. is obtained by using an org. polymer, such as PMMA or polystyrene. It is preferable for the **clathrate** compd. to be contained in an amt. of $0.0001 \sim 15\text{wt}\%$ in a medium in order to cause the photochromic material to develop color by **light irradiation**.

COPYRIGHT: (C)1986, JPO&Japio *

⑩ 日本国特許庁(JP) ⑪ 特許出願公開
⑫ 公開特許公報(A) 昭61-77846

⑬ Int. Cl.⁴
G 03 C 1/733
C 09 K 9/00

識別記号 庁内整理番号
8205-2H
6755-4H

⑭ 公開 昭和61年(1986)4月21日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 フォトクロミック材料

⑯ 特 願 昭59-200964

⑰ 出 願 昭59(1984)9月26日

⑱ 発 明 者	酒 井 弥	福井県今立郡今立町栗田部27の31
⑱ 発 明 者	杉 山 義 雄	伊丹市北本町1丁目256
⑱ 発 明 者	今 村 直 也	西宮市段上町6-18-11
⑱ 発 明 者	船 木 正 昭	川崎市宮前区土橋1-21-5
⑲ 出 願 人	日本板硝子株式会社	大阪市東区道修町4丁目8番地
⑲ 代 理 人	弁理士 大野 精市	

明 細 書

1. 発明の名称

フォトクロミック材料

2. 特許請求の範囲

- (1) フォトクロミック物質であるゲスト分子とホスト分子からなる包埋化合物を含有してなるフォトクロミック材料
- (2) 前記ホスト分子はシクロヘキストリンである特許請求の範囲第1項記載のフォトクロミック材料
- (3) 前記フォトクロミック物質がスピロピラン、ジナゾン金属錯体、トリフェニルメタン系の色素、またはフルケドである特許請求の範囲第1項記載のフォトクロミック材料

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はフォトクロミック材料特に有機のフォトクロミック材料に関する。

(従来の技術)

従来、フォトクロミック化合物については炭素

な研究があり、有機化合物に限定してもスピロピラン、トリフェニルメタン色素ロイコ体、イミダゾール、インジゴ、チオインジゴ、ジニトロベンジル、ピリジン、フルケド、スチルベン、複素環式化合物、縮合多環芳香族化合物等が検討されている。

特にスピロピランについては、液体及び樹脂中で多数の研究がなされ、応用が試みられている。縮合多環芳香族化合物についても、各種の樹脂媒体たとえばエポキシ樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリメチルメタクリレート、ポリカーボネートに分散した系の研究開発がなされている。(特開昭47-114423、特開昭55-151515)

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながらこれらの従来のフォトクロミック材料は耐久性に優点があり、今のところ実用化される耐久性の良いフォトクロミック材料はいまだ報告されていない。

本発明の目的は耐久性の良いフォトクロミック材料を提供することであり、この目的は本発明に

より達成される。

(問題点を解決するための手段)

すなわち本発明はファトクロミック物質をゲスト分子として有する包埋化合物を含有してなるファトクロミック材料である。

本発明において使用される包埋化合物中のゲスト分子はゲスト分子であるファトクロミック物質の1分子を取り込む(すなわち包埋する)のに適した大きさである必要がある。このゲスト分子として好ましいのはシクロデキストリンであり、シクロデキストリンにはそれらを構成するグルコースの数 α 、 β 、 γ に応じてそれぞれ α 、 β 、 γ -シクロデキストリンの3種類がある。これらの空堀内径はそれぞれ、 4\AA 、 $7\sim 8\text{\AA}$ 、 $9\sim 10\text{\AA}$ である。ゲスト分子であるファトクロミック物質の1分子は相当するシクロデキストリンに包埋されるのに適した大きさである必要がある。ゲスト分子であるファトクロミック物質としてスピロピラン、ジナゾン水銀錯体、トリフェニルメタン系の色素、フルゼド等が使用される。

ファトクロミック材料は固溶体となる。ファトクロミック材料が光(たとえば太陽光)照射および照射停止により発青色するためには包埋化合物が媒体に対して $0.000/\text{wt}\% \sim 1.0/\text{wt}\%$ 含有されることが好ましい。

(作用および発明の効果)

本発明によれば従来なかったファトクロミック物質をゲスト分子に包埋したファトクロミック材料を得ることができる。ゲスト分子を使用せず、ファトクロミック物質を直接媒体に分子状分散した従来の場合と比べ、ファトクロミック物質をゲスト分子に包埋した包埋化合物を媒体に分子状に分散した本発明の場合、ファトクロミック材料の耐入性が向上し、光未照射時のファトクロミック材料の色がうすくなる。耐入性が向上する理由は明らかではないが、耐入性の劣化は主としてファトクロミック物質と媒体との相互作用によると考えられるが、本発明においてはファトクロミック物質と媒体との直接溶解が包埋化合物のゲスト分子により防止され、それによって耐入性が向上す

る。本発明における包埋化合物は通常固体である。

この包埋化合物は同数のゲスト分子およびゲスト分子を有することが最も好ましいが、ゲスト分子の数に対して、すくなくとも10%のファトクロミック物質のゲスト分子を有しておれば所望の発青色が得られる。

本発明における包埋化合物を製造するにはシクロデキストリン水溶液にファトクロミック物質を加え室温で混合し、その後ただちにすりつぶし、よく攪拌する。しかる後ファトクロミック物質-シクロデキストリンの包埋化合物が沈殿してくるので、これを離脱し、洗浄後減圧乾燥する。このようにして目的とする包埋化合物を粉状として得ることができる。

本発明のファトクロミック材料はこの包埋化合物を分子状に分散させるための媒体を含有することが好ましい。この包埋化合物の媒体としてキシレン、トルエン等の液体を使用すればファトクロミック材料は溶液となり、ポリメチルメタクリレート、ポリスチレン等の有機高分子を使用すれば

ると推定される。

以下実施例をあげて本発明をさらに詳細に説明するが、これにより本発明の範囲が限定されるものでないことはいうまでもない。

(実施例)

実施例1

γ -シクロデキストリン(東京化成製)10gに水10gを加え攪拌するとスラリー状のものになった。これに既知の方法により合成した1,3,3'-トリメチルインドリノ-6'-ニトロ、5'-メトキシベンゾピリルスピラン(化合物II)0.1gを加え、室温で混ぜてすぐにすりつぶしよく攪拌する。沈殿した包埋化合物を濾過して取り出しキシレンで洗浄した。その後生成物を減圧乾燥して、ゲスト分子・化合物IIとゲスト分子・ γ -シクロデキストリンとの数がほぼ同数の包埋化合物が得られた。この包埋化合物0.01gをキシレン100.0mlに溶かした溶液($6 \times 10^{-6} \text{mol/l}$)と化合物IIの等濃度($6 \times 10^{-6} \text{mol/l}$)のキシレン溶液をそれぞれ試の厚み20mmのバイレックス製容器に入

れた。強光燈下で、前者は後者よりうすい黄色であったが太陽光下で同程度の濃さの黄色となった。日視で観察すると太陽光下で前者は約1時間黄色であったが前者は約1時間黄色であった。つまり包膜化により耐久期間が約2倍向上した。

実施例2

β-シクロデkastリン（東京化成製）を使用し、実施例1と同様の実験を行なった。包膜化により強光燈下で淡色となり、耐久期間は約2倍向上した。

実施例3

β-シクロデkastリンとターアミノノール、6-ジクロロフェニル水銀デチゾネート（化合物（II））を使用し実施例1と同様の実験を行なった。包膜化により強光燈下で淡色となり耐久期間は約2倍向上した。

実施例4

β-シクロデkastリンと化合物（II）を使用し実施例1と同様の実験を行なった。包膜化によ

り強光燈下で淡色となり、耐久期間が約2倍向上した。

実施例5

α-シクロデkastリンとターアミノノールフェニル水銀デチゾネートを使用し実施例1と同様の実験を行なった。包膜化により強光燈下で淡色となり耐久期間は約2倍向上した。

特許出願人 日本電機子株式会社

代理人 弁理士 大野 博 市

